

РУКОВОДСТВО ПО ИСПЫТАТЕЛЬНЫМ МЕТОДАМ

Номер 2.6.15	
Предмет исследования Методы определения проникающих коррозионных свойств флюса	
Дата 06/04	Редакция С
Исходная рабочая группа Целевая группа по испытанию характеристик флюса (5-24a)	

1 Общая информация

Данный испытательный метод разработан для определения проникающих коррозионных свойств остатков флюса в крайних условиях окружающей среды. Шарик припоя расплавляется с испытываемым флюсом на испытательном образце листового металла. Затем припой подвергают заданным условиям влажности и дают оценку коррозии, если таковая возникает, на базе визуального осмотра.

2 Прилагаемая документация

IPC J-STD-004 Требования к флюсам для пайки

IPC-TM-650 Руководство по испытательным методам

2.3.34 Содержание твердой фазы, флюсы для флюсов пайки мягким припоем.

IEC 61189-5 Методы испытания материалов электроприборов, соединительных устройств и компоновочных узлов – часть 5: испытательные методы для компоновочных узлов печатных плат.

3 Испытательные образцы

0.035 г твердой фазы флюса, 0.3г паяльной пасты, 1г проволоки или 1г заготовки с эквивалентным количеством твердого вещества. Твердая фаза флюса определена как остаток, описанный в IPC-TM-650, Испытательный метод 2.3.34, Содержание твердой фазы, флюсы. Все растворители должны испаряться с поверхности образца, реакция должна проводиться под вытяжкой.

4 Приборы и реактивы**4.1 Приборы**

4.1.1 Тигель для припоя.

4.1.2 Камера влажности с условиями относительной влажности $93 \pm 5\%$ при $40 \pm 3^\circ\text{C}$.

4.1.3 Сушильный шкаф с циркуляцией воздуха.

4.1.4 Микроскоп с минимальным разрешением 20x

4.1.5 Аналитические весы, взвешивающие до 0.001г.

4.1.6 Три пластинки листовой меди с 99% содержания меди размером 50мм x 50мм x 0.5мм

4.1.7 19мм (приблизительный размер) стальной шарик.

4.1.8 Лабораторный пресс.

4.1.9 Плоскогубцы.

4.2 Реактивы

Все реагенты должны быть классифицированы по степени реактивности, вода должна быть деионизированной (рекомендуемое минимальное удельное сопротивление 2 мегом-см).

4.2.1 Персульфат аммония.

4.2.2 Серная кислота с относительной плотностью 1.84.

4.2.3 Обезжиривающее средство: ацетон или бензин

5 Процедура

5.1 Химические вещества

5.1.1 Персульфат аммония (25% м/в в 0.5% в/в серной кислоты). Растворите 250г персульфата аммония в воде и осторожно добавляйте 5мл 5% серной кислоты (относительной плотности 1.84). Размешайте, охладите, разбавьте до 1л и размешайте. Данный раствор должен быть свежеприготовленным.

5.1.2 Серная кислота (5% в/в). К 400мл воды осторожно прилейте 50мл серной кислоты (относительной плотности 1.84). Размешайте, охладите, разбавьте до 1л и размешайте еще раз.

5.2 Испытательная плитка

5.2.1 Сформируйте круглое отверстие 3мм (приблизительно) глубиной в центре медной испытательной плитки, вдавливая 19мм стальной шарик в 25мм (приблизительно) отверстие и сформируйте лунку.

5.2.2 С помощью плоскогубцев загните один угол испытательной плитки вверх для последующего удобства обращения.

5.3 Предварительная обработка испытательной плитки

5.3.1 Непосредственно перед проведением испытания подготовьте плитку вышеописанным способом.

5.3.2 Обезжирьте плитку подходящим нейтральным органическим растворителем, таким как ацетон или бензин.

5.3.3 Опустите плитку в 5% раствор серной кислоты при $65 \pm 5^\circ\text{C}$ на 1 минуту для удаления оксидной пленки.

5.3.4 Погрузите в раствор 25% м/в персульфата аммония (в 0.5% в/в серной кислоты) при $23 \pm 2^\circ\text{C}$ на одну минуту, протравите для получения однородной поверхности.

5.3.5 Промойте проточной водой секунд 5. Погрузите в раствор 5% серной кислоты при $23 \pm 2^\circ\text{C}$ на 1 минуту.

5.3.6 Промойте секунд 5 в проточной воде, затем тщательно промойте деионизированной водой.

5.3.7 Промойте ацетоном.

5.3.8 Дайте высохнуть в чистом воздухе.

Примечание: по возможности сразу используйте испытательный образец, либо храните в закрытом контейнере в течение часа.

5.4 Припой для испытания жидких или пастообразных флюсов

5.4.1 Взвесьте 1.00 ± 0.05 г образца твердого припоя.

5.4.2 Обезжирьте образец припоя подходящим нейтральным органическим растворителем, ацетоном или бензином.

5.4.3 Припой может быть в форме шариков или в виде спирально закрученной проволоки.

5.5 Испытание

5.5.1 Нагрейте тигель с припоем таким образом, чтобы паяльная ванна достигла устойчивого состояния при $235 \pm 5^\circ\text{C}$.

5.5.2 Жидкий или пастообразный флюс

5.5.2.1 Поместите 0.035 г твердого флюса в углубление испытательной плитки. Добавьте шарики или спиральки припоя.

5.5.2.2 Используя щипцы, опустите испытательную плитку на поверхность расплавленного припоя.

5.5.2.3 Позвольте плитке соприкасаться с ванной, пока не оплавится образец припоя в углублении плитки. Оставьте в таком положении на 5 ± 1 секунд, затем уберите плитку. Охладите испытательную плитку до комнатной температуры.

5.5.3 Порошковая проволока или заготовка

5.5.3.1 Поместите 1 г порошковой проволоки или заготовки в углубление испытательной плитки.

5.5.3.2 Используя щипцы, опустите испытательную плитку на поверхность расплавленного припоя.

5.5.3.3 Позвольте плитке соприкасаться с ванной, пока не оплавится образец припоя в углублении плитки. Оставьте в таком положении на 5 ± 1 секунд, затем уберите плитку. Охладите испытательную плитку до комнатной температуры.

5.5.4 Паяльная паста

5.5.4.1 Поместите 0.3 г паяльной пасты в углубление испытательной плитки.

5.5.4.2 Позвольте плитке соприкасаться с ванной, пока не оплавится образец припоя в углублении плитки. Оставьте в таком положении на 60 ± 5 секунд, затем уберите плитку. Охладите испытательную плитку до комнатной температуры.

5.5.4.3 Попеременно проведите оплавление припоя по температурным профилям, которые рекомендует изготовитель.

5.6 Подвергание воздействию влаги

5.6.1 Внимательно изучите испытательный образец при увеличении на 20х для последующего сравнения с результатами после воздействия влагой.

5.6.2 Предварительно нагрейте испытательную плитку до $40\pm 1^{\circ}\text{C}$ в течение 30 ± 2 минут.

5.6.3 Впитываемость влаги

5.6.3.1 Поместите испытательный образец вертикально в камеру с предварительно заданным уровнем влажности при $40\pm 1^{\circ}\text{C}$ и уровнем относительной влажности $93\pm 2\%$.

5.6.3.2 Несколько раз образец можно помещать в температурную камеру влажности с последующим нагревом до 40°C в течение 30 минут. После этого уровень относительной влажности следует увеличить до 93%.

5.6.3.3 Оставьте образец в вышеописанных условиях на 240 часов (10 дней). Флюсы М и Н могут быть испытаны в условиях наличия и отсутствия процедуры очистки. Очистку образцов следует проводить согласно инструкциям производителя.

5.7 Оценка

5.7.1 По окончании времени воздействия, удалите испытательные образцы из камеры влажности и проведите осмотр с увеличением на 20х, затем сравните с результатами осмотра, описанными в 6.5 (смодите 8.2).

5.7.2 Согласно назначению данного испытательного метода распространено следующее определение коррозии: «Коррозия – это химическая реакция между медью, припоем, компонентами остатков флюса, которые возникают после пайки или во время воздействия вышеописанными условиями». Коррозия для данного испытания классифицирована следующим образом:

5.7.2.1 Незначительная коррозия

Любое первоначальное изменение цвета, которое может произойти при нагревании испытательной плитки при пайке, не учитывается. Отдельные белые или цветные пятнышки в остатках флюса или изменение цвета на зелено-голубой без появления следов меди или образования капель расцениваются как незначительная коррозия.

5.7.2.2 Значительная коррозия

Любое первоначальное изменение цвета, которое может произойти при нагревании испытательной плитки при пайке, не учитывается. Последующее изменение цвета на зелено-голубой с появлением видимых следов меди на плитке или появление капель на соприкасающихся поверхностях остатков флюса и медного пограничного слоя расцениваются как значительная коррозия.

6 Примечания

6.1 Результаты, вызывающие сомнения, можно подтвердить, проведя анализ с помощью спектроскопа рентгеновских лучей на основе метода энергетической дисперсии, проверяя наличие меди.

6.2 Ценным средством при обнаружении и документальном подтверждении коррозии являются цветные фотоснимки, сделанные до и после испытания.

6.3 Безопасность. Ознакомьтесь со всеми мерами предосторожности при работе с упомянутыми химическими веществами.



ASSOCIATION CONNECTING
ELECTRONICS INDUSTRIES®

2215 Sanders Road
Northbrook, IL 60062-6135

IPC-TM-650 TEST METHODS MANUAL

1 Scope This test method is designed to determine the corrosive properties of flux residues under extreme environmental conditions. A pellet of solder is melted in contact with the test flux on a sheet metal test piece. The solder is then exposed to prescribed conditions of humidity and the resulting corrosion, if any, is assessed visually.

2 Applicable Documents

IPC J-STD-004 Requirements for Soldering Fluxes

IPC-TM-650 Test Methods Manual

2.3.34 Solids Content, Flux for Fluxes for Soft Soldering

IEC 61189-5 Test Methods for Electrical Materials, Interconnection Structures and Assemblies - Part 5: Test Methods for Printed Board Assemblies

3 Test Specimen At least 0.035 g of flux solids, 0.3 g solder paste, 1 g wire, or 1 g preform with an equivalent amount of solids. Flux solids are defined as the residue described in IPC-TM-650, Test Method 2.3.34, Solids Content, Fluxes. All solvent must have been evaporated from the specimen in a chemical fume hood.

4 Apparatus and Reagents

4.1 Apparatus

4.1.1 Solder pot.

4.1.2 Humidity chamber capable of achieving $40 \pm 3^\circ\text{C}$ [$104 \pm 5.4^\circ\text{F}$] and $93 \pm 5\%$ relative humidity.

4.1.3 Air circulating drying oven.

4.1.4 Microscope having 20X minimum.

4.1.5 Analytical balance capable of weighing 0.001 g.

4.1.6 Three 50 mm x 50 mm x 0.5 mm [1.969 in x 1.969 in x 0.00197 in] 99% pure copper sheets.

4.1.7 19 mm [0.748 in] steel ball (approximate).

4.1.8 Laboratory press.

Number 2.6.15	
Subject Corrosion, Flux	
Date 06/04	Revision C
Originating Task Group Flux Specifications Task Group, (5-24a)	

4.1.9 Tongs.

4.2 Reagents All chemicals must be reagent grade and water must be deionized (2 megohm-cm minimum resistivity recommended).

4.2.1 Ammonium persulphate.

4.2.2 Sulfuric acid, relative density 1.84.

4.2.3 Degreasing agent: acetone, or petroleum ether.

5 Procedures

5.1 Chemicals

5.1.1 Ammonium persulphate (25% m/v in 0.5% v/v sulfuric acid). Dissolve 250 g of ammonium persulphate in water and add cautiously 5 ml of 5% sulfuric acid (relative density 1.84). Mix, cool, dilute to 1 liter and mix. This solution should be freshly prepared.

5.1.2 Sulfuric acid (5% v/v). To 400 ml of water cautiously add 50 ml of sulfuric acid (relative density 1.84). Mix, cool, dilute to 1 liter and mix.

5.2 Test Panel

5.2.1 Form a 3.0 mm [0.018 in] (approximate) deep circular depression in the center of the copper test panel by forcing a 19.0 mm [0.018 in] steel ball into a 25 (approximate) mm hole to form a cup.

5.2.2 Bend one corner of the test panel up to facilitate subsequent handling with tongs.

5.3 Test Panel Pretreatment

5.3.1 Immediately before performing test, pretreat as follows using clean tongs for handling.

5.3.2 Degrease with a suitable neutral organic solvent such as acetone, or petroleum ether.

IPC-TM-650		
Number 2.6.15	Subject Corrosion, Flux	Date 06/04
Revision C		

5.3.3 Immerse in 5% sulfuric acid (by volume) at $65 \pm 5^\circ\text{C}$ [$149 \pm 9^\circ\text{F}$] for one minute to remove the tarnish film.

5.3.4 Immerse in a solution of 25% m/v ammonium persulfate (in 0.5% v/v sulfuric acid) at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ [$73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$] for one minute to etch the surface uniformly.

5.3.5 Wash in running tap water for five seconds. Immerse in 5% sulfuric acid (by volume) at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ [$73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$] for one minute.

5.3.6 Wash for five seconds in running tap water, then rinse thoroughly in deionized water.

5.3.7 Rinse with acetone.

5.3.8 Allow to dry in clean air.

Note: Use the test piece as soon as possible or store up to one hour in a closed container.

5.4 Solder for Liquid or Paste Flux Test

5.4.1 Weigh a 1.00 ± 0.05 gram specimen of solid solder.

5.4.2 Degrease the solder specimen with a suitable neutral organic solvent such as acetone, or petroleum ether.

5.4.3 Solder may be in the form of pellets or tight spirals of solid solder wire.

5.5 Test

5.5.1 Heat solder pot so that solder bath stabilizes at $235 \pm 5^\circ\text{C}$ [$455 \pm 9^\circ\text{F}$].

5.5.2 Liquid or Paste Flux

5.5.2.1 Place 0.035 g of flux solids into the depression in the test panel. Add the solid solder pellets or spirals.

5.5.2.2 Using tongs, lower the test panel onto the surface of the molten solder.

5.5.2.3 Allow the test panel to remain in contact with the bath until the solder specimen in the depression of the test panel melts. Maintain this position for 5 ± 1 seconds before removing the test panel from the bath. Cool the test panel to room temperature.

5.5.3 Cored Wire or Cored Preform

5.5.3.1 Place 1 gram of flux cored wire or preform into the depression in the test panel.

5.5.3.2 Using tongs, lower the test panel onto the surface of the molten solder.

5.5.3.3 Allow the test panel to remain in contact with the bath until the solder specimen in the depression of the test panel melts. Maintain this position for 5 ± 1 seconds before removing the test panel from the bath. Cool the test panel to room temperature.

5.5.4 Solder Paste

5.5.4.1 Place 0.3 g of solder paste into the depression in the test panel.

5.5.4.2 Allow the test panels to remain in contact with the bath until the solder specimen in the depression of the test panel melts. Maintain this position for 60 ± 5 seconds before removing the test panel from the bath. Cool the test panel to room temperature.

5.5.4.3 Alternately, process the panels through a reflow soldering process using the temperature profile recommended by the vendor.

5.6 Humidity Exposure

5.6.1 Carefully examine the test specimen at 20X magnification for subsequent comparison after humidity exposure. Record observations, especially any discoloration (see 8.2).

5.6.2 Preheat test panel to $40 \pm 1^\circ\text{C}$ [$104 \pm 1.8^\circ\text{F}$] for 30 ± 2 minutes.

5.6.3 Humidity Soak

5.6.3.1 Place the test specimen vertically in a preset humidity chamber at $40 \pm 1^\circ\text{C}$ [$104 \pm 1.8^\circ\text{F}$] and $93 \pm 2\%$ relative humidity.

5.6.3.2 Alternately, the specimen may be placed in a temperature humidity chamber and heated to 40°C [1.8°F] and

IPC-TM-650		
Number 2.6.15	Subject Corrosion, Flux	Date 06/04
Revision C		

held for 30 minutes. The humidity should then be increased to 93%RH.

5.6.3.3 Expose specimen to the above environment for 240 hours (10 days). M and H fluxes may be tested in the cleaned, as well as uncleaned, condition. Specimens shall be cleaned per the manufacturers instructions.

5.7 Evaluation

5.7.1 After the exposure period, remove test specimens from humidity chamber, examine at 20X magnification and compare with observations noted in 6.5 (see 8.2).

5.7.2 For purposes of this test method, the following definition of corrosion shall prevail: "A chemical reaction between the copper, the solder, and the constituents of the flux residues, which occurs after soldering and during exposure to the above environmental conditions." Corrosion for this test is classified as follows:

5.7.2.1 Minor Corrosion Any initial change of color, which may develop when the test panel is heated during soldering,

is disregarded. Discrete white or colored spots in the flux residues or a color change to green-blue without pitting of the copper or formation of excrescences is regarded as *minor* corrosion.

5.7.2.2 Major Corrosion Any initial change of color which may develop when the test panel is heated during soldering is disregarded. Subsequent development of green-blue discoloration with observation of pitting of the copper panel or excrescences at the interfaces of the flux residue and copper boundary, is regarded as *major* corrosion.

6 Notes

6.1 Questionable results may be confirmed by analyzing the suspected corrosion via Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) for the presence of copper.

6.2 Color photos before and after the test are valuable tools in identifying and documenting corrosion.

6.3 Safety Observe all appropriate precautions on MSDS for chemicals involved in this test method.

